PAT-NO:

JP401016703A

DOCUMENT-IDENTIFIER:

JP 01016703 A

TITLE:

POROUS ANTIMICROBIAL MATERIAL AND PRODUCTION

THEREOF

PUBN-DATE:

January 20, 1989

INVENTOR - INFORMATION:

WATANABE, SHOICHIRO UCHIBORI, TAKESHI KAWADA, KAZUO ISOBE, TOKIKO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

CHISSO CORP

N/A

KK KANKYO KAGAKU CENTER

N/A

APPL-NO:

JP62172661

APPL-DATE:

July 10, 1987

INT-CL (IPC): A01N031/08, A01N025/08

## ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a porous antimicrobial material, by reacting a porous

material having the surfaces treated with a silane coupling agent having alkoxy

groups with a phenolic derivative having alcoholic hydroxyl group in the

presence of a Pd-C catalyst in nitrogen atmosphere.

CONSTITUTION: An inorganic porous material (e.g. porous glass, ceramic,

zeolite or silas porous glass) is sufficiently brought into contact with a

silane coupling agent having alkoxyl groups (preferably γ -aminopropyltriethoxysilane) in a solvent containing the silane coupling

agent dissolved therein while refluxing and <a href="heating">heating</a> to carry out surface

treatment. The resultant material is then reacted with a phenolic derivative

having alcoholic hydroxyl group (e.g. p- hydroxybenzyl alcohol) in an inert gas

atmosphere, such as N<SB>2</SB>, using Pd-C as a catalyst to afford the aimed

porous antimicrobial material. This antimicrobial material is capable of

reducing residual toxicity as compared with that of gaseous or liquid antimicrobial agents and continuous sterilization and treatment in large

amounts can be carried out with simple operation.

COPYRIGHT: (C) 1989, JPO&Japio

## 19日本国特許庁(JP)

①特許出願公開

# @ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭64 - 16703

@Int\_Cl\_4

識別記号

庁内整理番号

❸公開 昭和64年(1989)1月20日

A 01 N 31/08 25/08 8519-4H 7215-4H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全3頁)

**劉発明の名称** 多孔質抗菌材およびその製造法

②特 願 昭62-172661

**20**出 頭 昭62(1987)7月10日

砂発 明 者 渡辺 昭 一郎 の発 明 内 堀 毅 者 四発 明 者 河田 和 雄 子 明 者 磁部 時 79発 **犯出** 匑 チッソ株式会社 の出 顖 人 株式会社 環境科学セ

ンター

東京都大田区中馬込1丁目1番1 神奈川県横浜市泉区岡津町1161番地 神奈川県相模原市大野台5丁目26番地12

神奈川県鎌倉市二階堂267番44

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号神奈川県横浜市金沢区釜利谷町2番地

人 弁理士 野中 克彦

朗 细 奪

#### 1. 発明の名称

70代 理

多孔質抗菌材やよびその製造法

### 2. 特許請求の範囲

(1) シランカツプリング剤により表面処理を施した多孔質材にアルコール性水酸基をもつフェノール酵学体を反応して得られる多孔質抗菌材。 (2) シランカツプリング剤がアルコキシル基をもつものである特許請求の範囲第(1)項配載の多孔質抗菌材。

(3) 多孔質材にアルコキシル基をもつシランカップリング剤による表面処理を施した後、該被処理物に窒素雰囲気中でパラジウムカーボンを触媒として、アルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応させることを特徴とする多孔質抗菌材の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は多孔質抗菌材やよびその製造法に関するものである。

従来綿布等に抗菌剤を固定化した固定化抗菌

剤についてはいくつかの報告がある。例えば第4級アンモニウム塩を固定化したものについてアメリカ微生物学会発行のアプライドマイクロバイオロジー誌第24巻859~863頁かよび米国特許第4282366号に記載がある。又、固定化殺菌剤かよびその製造法について特開昭60-199802号にあるが、基質をガラスに限定してある。

本発明では、安価なシラス多孔質ガラスかよびそのままでもが過材として使用できる多孔質 物質を基質としたものである。

本発明者らは、より大きな抗菌性能と耐洗機 安定性を備えた抗菌材を目的として、その化学 構造中におけるフェノール構造の効能に着目し て本発明に至つた。

すなわち、本発明の第一はシランカツプリング剤による表面処理を施した多孔質材にアルコール性水酸基をもつフェノール誘導体を反応して得られる多孔質抗菌材であり、その実施組様は、アルコキシル基をもつシラン化合物をカツ

プリング剤とする前記の多孔質抗菌材である。

本発明の第二は、アルコキシル基をもつシランカップリング剤により表面処理を施した多孔 質材に強素雰囲気中でパラジウムカーポンを触 供としてアルコール性水酸基をもつフェノール 誘導体を反応させることを特徴とする多孔質殺 菌材の製造方法である。

本発明の多孔質材は無機質多孔材なら良く、 特に多孔質ガラス、セラミック、ゼオライト、 シラス多孔質ガラスが好ましい。シランカップ リング剤としては、アルコキシル基をもつシラ ンカップリング剤なら良く、特にェーアミノプ ロピルトリエトキシシランが好ましい。

本発明の多孔質抗菌材の製造においては、先 ポシランカツプリング剤の固定化反応を行ない、 次にアルコール性水酸基をもつフェノール酵源 体の反応することを特徴とする。

前段のシランカツプリング剤の多孔質材への固 定化は通常行なわれている方法で良く、シラン カツプリング剤を適当な溶媒に溶解した後、加

と、大量の処理ができることかよび殺菌操作が 簡便であることなどの利点があり、工業的に有 用である。例えば本発明の多孔質抗菌材を严遇 材として連続殺菌を簡便に行なりのに適してか り、大量の試料の処理に適している。また、多 孔質抗菌材を試料液に入れ扱とりすれば回分式 処理にも適している。

以下突施例により本発明を詳細に説明する。 実施例 1

5 cm×5 cm厚さ 2 mのシラス多孔質ガラスをトルエン 1 0 0 mlに入れ更に r - r ミノプロピルトリエトキシシラン 2 8 8 加え 2 7 時間 1 1 0 でで加熱遠流した。冷却後多孔質ガラスを取り出し、トルエンで洗浄後波圧乾燥した。次に、シラン処理をした多孔質ガラスをトルエン 7 0 mlに入れ p - ヒドロキシベンジルアルコール 2 0 8 シよび 5 5 パラジウムカーポン 0 0 6 8 を加え窒素雰囲気下で 6 時間 1 1 0 で加熱湿流した。冷却後多孔質ガラス板をとり出しトルエンで洗浄後波圧乾燥し目的の多孔質抗菌材を得た。

熱した状態で多孔質材表面との間に充分接触を 行なわせる。反応温度は室温ないし150℃が 望ましく通常は溶媒の沸点で加熱透流下に反応 させる。

後段のアルコール性水酸基をもつフェノール勝 導体の反応は窒素などの不活性ガス雰囲気下で パラジウムカーポンを触媒として行なわれる。 パラジウムカーポンは触媒としての使用量が少 量でよく、フェノール性水酸基と第一アミンの 反応を抑え、アルコール性水酸基と第一アミン との反応を選択的に行なりので好ましい。

以上述べたようにして製造された本発明の多 孔質抗菌材は、グラム陽性菌に対しても、また グラム陰性菌に対しても大きな抗菌性を示し、 かつ抗菌剤の避離が極めて少ない優れたもので ある。

本発明の多孔質抗菌材は従来のガス被菌のような気体状であるいは普通の消毒薬のような液体状で使用される疫菌剤と比較して抗菌剤の残留毒性を低下できること、連続殺菌ができると

上記で得た多孔質抗菌材を用いてグラム陽性菌であるスタフィロコカス オーリウス (Staphylococcus aureus) かよびグラム陰性菌であるエシャリキア コリ (Eseherichia coli) の生菌数が 2.7×10<sup>7</sup> の菌浮遊液を調製し、この液を沪遏した結果、沪液には生菌のコロニーが検出されなかつた。また、沪液からは p ーヒドロキシベージルアルコールは検出されなかった。更に抗菌剤処理を施していない多孔質材を用い上配の菌浮遊液を沪遏したところ生菌数は沪遏的の生菌数に比べ減少は認められなかつた。

#### 突施例 2

実施例1で使用したグラム陽性菌およびグラム陰性菌を用い生菌数 2.3×10°の菌浮遊液を調製して市販超音波加湿器の水槽に入れ、霧噴き出し口に実施例1で得られた多孔質抗菌材を取りつけた。きり噴出口にシャーレをあてその生菌数を測定した結果生菌のコロニーは検出されなかつた。同様にきり噴出口に何もとりつけないものを測定した結果 5×10²の生菌が検出され

t.

#### 奥趋例3

被留水を18ガラスピンド入れ25℃38時間放置した水の生菌数を測定した結果1㎡中ド3.2×10°の生菌が検出された。その水を実施例1で得られた多孔質抗菌材でが過した。結果、生菌のコロニーは検出されなかつたが、無処理のシラス多孔質ガラスでが過した結果は25×10°の生菌が検出された。同様に被菌水18をガラスピンド入れ更に実施例1で得られた多孔質抗菌材5cm×5cm×2mの板2枚を入れ25℃48時間放置したが生菌は検出されなかつた。

以上

特許出願人 チッソ株式会社

阿 上 株式会社環境科学センター

代理人 弁理士 野中 克 彦